

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-084570

(43)Date of publication of application : 30.03.2001

---

(51)Int.Cl.

G11B 5/738

G11B 5/70

---

(21)Application number : 11-261082

(71)Applicant : TDK CORP

(22)Date of filing : 14.09.1999

(72)Inventor : SASAKI HIDEKI

---

## (54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a magnetic recording medium having smooth surface, excellent durability and electromagnetic transducing characteristic by incorporating carbon black as a pigment and a radiation-curable binder being a polyurethane resin having a phosphorus-containing polar group as a binder in a nonmagnetic layer.  
**SOLUTION:** The phosphorus-containing polar group of the radiation-curable polyurethane resin to be used as the binder is selected from one or more of a phosphonic acid group ( $=PO_3Y$ , wherein Y is H or an alkali metal), a phosphinic acid group ( $=PO_2Y$ ) and a phosphonous acid group ( $=POY$ ). Na is desirable as Y and the  $=PONa$  group is particularly desirable in these groups. These phosphorus-containing polar groups are desirably contained in the molecule of the polyurethane resin by 0.01-10 wt.%, particularly 0.02-3 wt.%, in terms of a phosphorus atom (P). The occupied ration of carbon black in the pigment is 5-100 wt.%, desirably 10-100 wt.%.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

08.08.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-84570

(P2001-84570A)

(43) 公開日 平成13年3月30日 (2001.3.30)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

データベース(参考)

G 1 1 B 5/738  
5/70

G 1 1 B 5/738  
5/70

5 D 0 0 6

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願平11-261082

(22) 出願日 平成11年9月14日 (1999.9.14)

(71) 出願人 000003067

ティーディーケイ株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72) 発明者 佐々木 英樹

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

Fターム(参考) 5D006 BA19 CA01 CA02 CA05 DA02  
FA02 FA09

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体

(57) 【要約】

【課題】 カーボンブラックを含む下層の分散性にすぐれ、表面性にすぐれ、電磁変換特性が良好で、耐久性に優れた磁気記録媒体を得る。

【解決手段】 磁性支持体上に顔料として少なくともカーボンブラックを含む非磁性層を介し磁性層を有する磁気記録媒体において、非磁性層に使用されるバインダーは放射線硬化型バインダーであり、リン含有極性基を有するポリウレタン樹脂を含んでいることを特徴とする磁気記録媒体。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】非磁性支持体上に顔料として少なくともカーボンブラックを含む非磁性層を介し磁性層を有する磁気記録媒体において、非磁性層に使用されるバインダーは放射線硬化型バインダーであり、リン含有極性基を有するポリウレタン樹脂を含んでいることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】リン含有極性基が、ホスホン酸基、ホスフィン酸基、及び亜ホスフィン酸基の1種以上である請求項1記載の磁気記録媒体。

【請求項3】リン含有極性基が、亜ホスフィン酸基である請求項1記載の磁気記録媒体。

【請求項4】非磁性層中の顔料に占めるカーボンブラックの割合が5～100重量%であることを特徴とする請求項1～3記載の磁気記録媒体。

【請求項5】磁性層の平均厚みが0.5μm以下であり、非磁性層の平均厚みが0.5～3μmである請求項1～4記載の磁気記録媒体。

【請求項6】磁性層は非磁性層を塗布し、乾燥、硬化された後塗布されたものである請求項1～5記載の磁気記録媒体。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の技術分野】本発明は、磁気記録媒体に関するものであり、特に電磁変換特性及び耐久性等が改良された磁気記録媒体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、繰り返しコピーによる信号の劣化改善の目的で磁気記録媒体のデジタル化が進んできている。またその記録密度に関しても、記録データ量の増加により高密度化が求められ、より微細な高飽和磁束密度の金属磁性粉や六角板状のバリウムフェライト粉などの磁性粉を使用することが実用化されている。

【0003】一方、高記録密度化の為に、媒体の厚み損失、自己減磁損失を考慮する必要がある、このような観点から磁性層の薄膜化が望まれている。

【0004】しかし磁性層が薄膜化すると、磁性層表面に支持体の表面性が反映されて電磁変換特性が悪化するため、従来、支持体表面に熱硬化性樹脂を用いた非磁性層を設け、これを介して磁性層を設けること等が提案されているが、このような非磁性層では耐久性が十分ではないなどの問題がある。

【0005】また、非磁性層と磁性層とを塗設する場合、一旦非磁性層を塗布、乾燥して形成した後に磁性層を形成する方法がとられるため、用いる樹脂によっては非磁性層の表面性が悪化してしまうという問題が起こる。

【0006】このようなことから、特開昭63-191315号公報、特開昭63-191318号公報には、非磁性粉末を、例えば熱可塑性樹脂バインダー中に分散させた非磁性層を塗布し、この非磁性層と磁性層とを各層用

塗布液を湿潤状態で重層して塗布する方法により、電磁変換特性、耐久性及びヘッド摩耗が改善されることが開示されている。

【0007】一方、非磁性層塗料を作成するバインダーに着目すると、特開平06-259751号公報ではスルホン酸基を含有する樹脂を使用した例が、特開平08-017035号公報ではアミン系極性基のみを持つ塩化ビニル系樹脂とスルホン酸系極性基を持つウレタン樹脂を使用した例が、特開平09-265623号公報ではスルファミン酸金属塩を極性基とするウレタン樹脂の例が実施例及び特許請求項に開示されている。

【0008】以上の例は非磁性塗料中のバインダーとして熱硬化型バインダーを用いた例であるが、特公平6-52566号公報、特公平1-30221号公報では、放射線硬化型バインダーを用い非磁性層を設ける例が示されており、放射線硬化型バインダーを用いることで熱硬化型バインダーにくらべ強靱な塗膜を得ることができる。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】しかし、デジタル記録方式のビデオテープやフロッピーディスク等の磁気記録媒体では高記録密度化に伴い磁性層の薄膜化がますます要求されることから、特開平06-259751号公報、特開平08-017035号公報、特開平09-265623号公報に開示されるような顔料・バインダーのみでは分散・塗膜強度が十分で、塗膜強度をあげるために特公平6-52566号公報、特公平1-30221号公報で示される様な放射線硬化型バインダーを用いても、分散性が十分でなく、満足できる表面性が得られない。

【0010】一般に非磁性層中にはカーボンブラックを主体に使用してきたが、近年になり特開平06-259751号公報、特開平08-017035号公報、特開平09-265623号公報で示されるようにカーボンブラックと他の無機顔料を混合して用いることが多くなってきた。そこで要求される表面性を得るためにさらなる分散レベルの向上が必要とされている。

【0011】すなわち本発明の目的は、カーボンブラックを含む非磁性層の分散性、塗膜の強度をあげ、表面性に優れた電磁変換特性が良好で、耐久性に優れた磁気記録媒体を得ることにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明は前記課題を解決すべく研究を重ねた結果、カーボンブラックを含む非磁性層にリン含有極性基を有するポリウレタン樹脂を含む放射線硬化型バインダーを使用することにより、従来達成することが極めて困難であった平滑な表面性と優れた耐久性及び電磁変換特性を有する磁気記録媒体を得ることができることを見出し、本発明に到達した。

【0013】すなわち、本発明は、

(1) 非磁性支持体上に顔料として少なくともカーボン

ブラックを含む非磁性層を介し磁性層を有する磁気記録媒体において、非磁性層に使用されるバインダーは放射線硬化型バインダーであり、リン含有極性基を有するポリウレタン樹脂を含んでいることを特徴とする磁気記録媒体。

(2) リン含有極性基が、ホスホン酸基、ホスフィン酸基、及び亜ホスフィン酸基の1種以上である(1)記載の磁気記録媒体。

(3) リン含有極性基が、亜ホスフィン酸基のである

(1) 記載の磁気記録媒体。

(4) 非磁性層中の顔料に占めるカーボンブラックの割合が5～100重量%であることを特徴とする(1)～(3)記載の磁気記録媒体。

(5) 磁性層の平均厚みが0.5μm以下であり、非磁性層の平均厚みが0.5～3μmである(1)～(4)記載の磁気記録媒体。

(6) 磁性層は非磁性層を塗布し、乾燥、硬化された後塗布されたものである(1)～(5)記載の磁気記録媒体。

【0014】

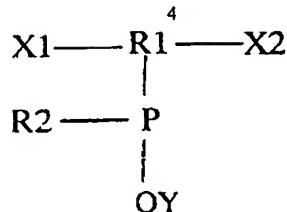
【発明の実施の形態】以下、本発明の具体的構成について詳細に説明する。本発明のバインダーのリン含有極性基を含有する放射線硬化型ポリウレタンは、リン含有極性基として、ホスホン酸基=PO<sub>3</sub>Y、オスフィン酸基=PO<sub>2</sub>Y、亜ホスフィン酸基=POY(YはH又はアルカリ金属)の1種以上から選択されるものであり、このうちYとしてはNaが好ましく、さらに、これらの極性基のうち=PONaが特に好ましい。これらのリン含有極性基は、リン原子(P)として分子中に0.01～10重量%、特に0.02～3重量%含まれていることが好ましい。0.01重量%未満であると分散が悪く、また10重量%以上であると、バインダーの溶解性が落ちてくるためふさわしくない。またこれらの極性基は、骨格樹脂の主鎖中に存在しても、分枝中に存在していても良い。

【0015】これらのリン含有極性基を結合する樹脂骨格は、放射線硬化性のポリウレタン樹脂である。すなわち、分子内にアクリル二重結合を少なくとも1個有し、後述のリン化合物の少なくとも1種を反応させたリン含有放射線硬化型樹脂であり、アクリル系二重結合物とウレタン結合を介して結合しているポリウレタンアクリレート樹脂である。

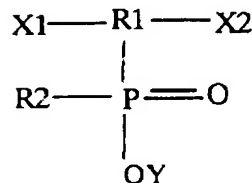
【0016】使用されるポリウレタンアクリレート樹脂に用いるリン化合物としては、下記化1～化5で示されるP化合物であることが好ましい。

【0017】

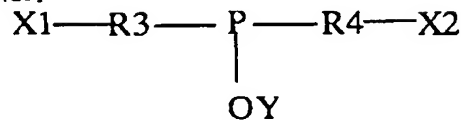
【化1】



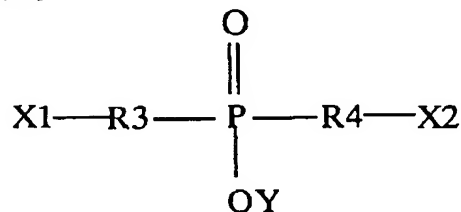
【化2】



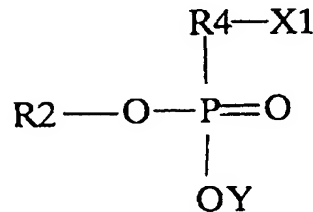
【化3】



【化4】



【化5】



上記においてX1、X2はエステル形成性官能基を表す。R1は好ましくは炭素原子数1～10の炭化水素基、R2は好ましくは炭素原子数1～12のアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、炭素原子数1～12のアルコキシ基、シクロアルコキシ基またはアリールオキシ基を示す。アリール基及びアリールオキシ基はハロゲン原子、ヒドロキシ基、-OM(Mはアルカリ金属)またはアミノ基が結合したものでもよい。R3及びR4は、好ましくは炭素原子数1～12のアルキレン基、シクロアルキレン基、アリーレン基、次式：-(CH<sub>2</sub>O R5)<sub>m</sub>で表される基(R5は炭素数1～12のアルキレン基、シクロアルキレン基、アリーレン基を示す。mは

1～4の任意の数値をとることができる。)を表す。Yはアルカリ金属原子、水素、1価の炭化水素基、またはアミノ基を示すが、特にNaが好ましい。これらリン化合物は種々の過程で反応させることができる。たとえば、ポリエステルポリオール、ポリアルキレングリコールなどの原料樹脂を製造する際に、その1成分として用いることができる。特に、ポリエステルポリオールを製造する際、上記のリン化合物をポリエステルポリオールの重合完結前の任意の段階で添加して反応させることができる。また、これらのリン化合物はポリウレタンアクリレート樹脂の原料の1成分として用いられることができる。たとえば、ヒドロキシ基を含有するリン化合物は直接イソシアネート化合物、ポリエステルポリオールやアクリレート化合物と反応させることにより、ポリウレタンアクリレート樹脂を製造することができる。

【0018】本発明における放射線硬化型樹脂とは、アクリル系二重結合を有するものであり、ここにいうアクリル系二重結合とは、アクリル酸、アクリル酸エステル、アクリル酸アミド、メタクリル酸、メタクリル酸エステル、メタクリル酸アミド等の残基(アクリロイル基またはメタクリロイル基)をいう。アクリル系二重結合含有化合物としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ヘキサメチレングリコール等のグリコールのモノ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパン、グリセリン、トリメチロールエタン等のトリオール化合物のモノ(メタ)アクリレート及びジ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール等の4価以上のポリオールのモノ(メタ)アクリレート及びジ(メタ)アクリレート、トリ(メタ)アクリレート、グリセリンモノアリルエーテル、グリセリンジアリルエーテル等のヒドロキシ基含有アクリル系化合物などが好適である。これらのアクリル系二重結合は結合剤の分子内に少なくとも1個以上、好ましくは2～20個存在する必要がある。そしてこのポリウレタンアクリレート樹脂とは、一般に、ヒドロキシ基含有樹脂とヒドロキシ基含有アクリル系化合物とポリイソシアネート含有化合物と前記のリン含有極性基を有する化合物とを、公知の方法であるアクリル系二重結合含有化合物と特定のリン化合物および/または特定のリン化合物と反応させた原料樹脂などを含む原料とを溶剤中、または無溶剤中で反応させることにより得られる。得られる樹脂の分子量は500～200000であることが好ましく、より好ましくは2000～100000である。ヒドロキシ基含有樹脂としては、ポリエチレングリコール、ポリブチレングリコール、ポリプロピレングリコールなどのポリアルキレングリコール、ビスフェノールAのアルキレンオキサイド付加物、各種のグリコール及びヒドロキシ基を分子鎖末端に有するポリエステルポリオールなどが上げられる。これらのなかでもポリエステルポリオールを1成分として得られるポリウレタンアクリレート樹

脂が好ましい。

【0019】前記ポリエステルポリオールのカルボン酸成分としては、テレフタル酸、イソフタル酸、オルトフタル酸、1,5-ナフタル酸などの芳香族ジカルボン酸、p-オキシ安息香酸、p-(ヒドロキシエトキシ)安息香酸などの芳香族オキシカルボン酸、コハク酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカンジカルボン酸などの脂肪族ジカルボン酸、フマル酸、マレイン酸、イタコン酸、テトラヒドロフタル酸、ヘキサヒドロフタル酸等の不飽和脂肪酸及び脂環族ジカルボン酸、トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸などのトリ及びテトラカルボン酸などをあげることができる。

【0020】また、ポリエステルポリオールのグリコール成分としては、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール、1,4-シクロヘキサジメタノール、ビスフェノールAなどのエチレンオキサイド付加物及びプロピレンオキサイド付加物、水素化ビスフェノールAのエチレンオキサイド及びプロピレンオキサイド付加物、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコールなどがある。また、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、グリセリン、ペンタエリスリトールなどのトリおよびテトラオールを併用してもよい。ポリエステルポリオールとしては、他にカプロラクトン等のラクトン類を開環重合して得られるラクトン系ポリエステルジオール鎖が上げられる。

【0021】使用されるポリイソシアネートとしては、2,4-トリレンジイソシアネート、2,6-トリレンジイソシアネート、p-フェニレンジイソシアネート、p-フェニルメタンジイソシアネート、m-フェニレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、テトラメチレンジイソシアネート、3,3'-ジメトキシ-4,4'-ビフェニレンジイソシアネート、2,4-ナフタレンジイソシアネート、3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニレンジイソシアネート、4,4'-ジイソシアネート-ジフェニルエーテル、1,5-ナフタレンジイソシアネート、p-キシリレンジイソシアネート、m-キシリレンジイソシアネート、1,3-ジイソシアネートメチルシクロヘキサン、1,4-ジイソシアネートメチルシクロヘキサン、4,4'-ジイソシアネートジシクロヘキサン、4,4'-ジイソシアネートシクロヘキシルメタン、イソホロンジイソシアネート等のジイソシアネート化合物、あるいは全イソシアネート基のうち7モル%以下の2,4-トリレンジイソシアネートの3量体、ヘキサメチレンジイソシアネートの3量体等のトリイソシアネート化合物があげられる。

【0022】このウレタン樹脂のほか他に他の樹脂を組み合わせ

せて使用しても構わない。組み合わせる樹脂としては、(メタ)アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、塩化ビニル系共重合体、アクリロニトリル-ブタジエン系共重合体、ポリアミド樹脂、ポリビニルブチラール、ニトロセルロース、スチレン-ブタジエン系共重合体、ポリビニルアルコール樹脂、アセタール樹脂、エポキシ系樹脂、フェノキシ系樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリカプロラクトン等の多官能性ポリエーテル類、ポリアミド樹脂、ポリイミド樹脂、フェノール樹脂、ポリブタジエンエラストマーなどを放射線硬化型に変性した樹脂があげられるが、この中で塩化ビニル系共重合体が好ましい。

【0023】このなかでも、放射線硬化型塩化ビニル系樹脂は原料となる塩化ビニル系樹脂を感放射線変性して合成される。原料の塩化ビニル系樹脂としては、塩化ビニル含有量60～100重量%、特に60～95重量%のものが好ましい。このような塩化ビニル系樹脂としては、塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコール共重合体、塩化ビニル-ヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート共重合体、塩化ビニル-酢酸ビニル-マレイン酸共重合体、塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコール-マレイン酸共重合体、塩化ビニル-ヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート-マレイン酸共重合体、塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコール-グリシジル(メタ)アクリレート共重合体、塩化ビニル-ヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート-グリシジル(メタ)アクリレート共重合体、塩化ビニル-ヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート-アリルグリシジルエーテル共重合体、塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコール-アリルグリシジルエーテル共重合体等があるが、とくに塩化ビニルとエポキシ(グリシジル)基を含有する単量体との共重合体が好ましい。そしてその平均重合度は100～900が好ましく、より好ましくは100～600である。

【0024】さらに、分散性を高めるために、必要に応じて $-SO_3Y$ 、 $-SO_3Y$ 、 $-PO_3Y$ 、 $-PO_3Y$ 、 $-PO_3Y$ 、 $-COOY$ (Yは水素またはアルカリ金属)、 $-SR$ 、 $-NR_2$ 、 $NR_2Cl$ (Rは水素または炭化水素)、ホスホベタイン、スルホベタイン、ホスファミン、スルファミン等の極性基を任意の方法で導入することも好ましい。また熱安定性を高めるために、エポキシ基の導入も好ましい。

【0025】上記の塩化ビニル系樹脂を感放射線変性する方法としては、水酸基やカルボン酸基を有する樹脂に対し、(メタ)アクリル基とカルボン酸無水物あるいはジカルボン酸を有する化合物を反応させて変性する方法と、トリレンジイソシアネートと2-ヒドロキシエチルメタクリレートとの反応物(アダクト体)とを反応させて変性する方法と、エチレン性不飽和二重結合を1個以上及びイソシアネート基1個を1分子中に有し、かつウレタン結合を分子中に持たないモノマーを反応させる方法が代表的であるが、この中で3番目の方法が、変性させやすさ及び変性後の分散性・物性ですぐれており、3番

目の方法で変性するのが好ましい。このようなモノマーとしては、2-イソシアネートエチル(メタ)アクリレートなどがあげられる。分子内のアクリル基またはメタクリル基の含有量は、分子中に平均で1～20個より好ましくは2～15個存在することが好ましい。これら塩化ビニル系樹脂とポリウレタン樹脂を混合して用いる場合、その比率は塩化ビニル樹脂/ポリウレタン樹脂=9/1～5/5、好ましくは8/2～6/4である。この比率が9/1より大きいと塗膜がもろくなる傾向がある。この比率が5/5より小さいと、塗膜が柔らかくなり、耐久性が劣化する傾向がある。また必要に応じて、他の極性基をもつポリウレタンと併用しても良い。その場合のリン化合物を極性基として含有するポリウレタンの含有量は全樹脂成分の10%～50%が望ましい。これらの樹脂を用いることにより、分散が良好になり表面性の良い塗膜が得られる。また必要に応じて放射線硬化型モノマー又はオリゴマーを使用してもよく、使用することで塗膜の架橋度をアップさせることができる。放射線硬化型モノマーまたはオリゴマーを添加する時期は、塗料作成後、分散時どちらでもかまわない。

【0026】本発明で使用する放射線としては、電子線、 $\gamma$ 線、 $\beta$ 線、紫外線などを使用できるが、好ましくは電子線である。またその照射量は、1～10Mradがよく、3～7Mradが好ましく、またその照射エネルギー(加速電圧)は100Kv以上とするのが良い。また放射線の照射は塗布・乾燥後に巻き取る以前に行うのが望ましいが、巻き取り後に行ってもよい。また非磁性層には少なくともカーボンブラックが含まれることが必要である。このカーボンブラックには磁性層の表面電気抵抗を下げる役目や塗膜中に添加された潤滑剤を保持する役目をもっており、磁性層への潤滑剤の供給元としての役目や、ベースの突起を埋め磁性層の表面性改善する役目がある。このカーボンの他にさらに他の非磁性粉末を併用することもでき、そのようなものとしてはこれに限定されないが、 $\alpha-Fe_2O_3$ 、 $Al_2O_3$ 、 $Cr_2O_3$ 、 $SiO_2$ 、 $ZnO$ 、 $TiO_2$ 、 $ZrO_2$ 、 $SnO_2$ などがあげられる。この中で、平均長軸径が200nm以下の針状 $\alpha-Fe_2O_3$ または20～100nmの粒状 $\alpha-Fe_2O_3$ を併用すると、カーボンブラックのみの塗料のチキソ性を和らげることができ、また塗膜を固くすることができる。さらに、研磨材として、平均粒径0.1～1.0 $\mu m$ の $\alpha-Al_2O_3$ または $Cr_2O_3$ を併用すると、非磁性層の強度アップにつながる。これら顔料中でカーボンブラックが占める割合は5重量%～100重量wt%、好ましくは10～100重量%である。5重量%より少ないと、添加される潤滑剤の保持力が落ち、耐久性が悪化する。また磁性層の表面電気抵抗が高くなったり、光透過率が高くなってしまふ。使用されるカーボンブラックは特別限定されるものではないが、平均粒径が10nm～80nmのカーボンブラックが好ましい。このようなカーボンブラックとしては、ファーネスカー

ボンブラック、サーマルカーボンブラック、アセチレンブラック等公知のものから選択して用いることができる。また単一系でも混合系でも良い。これらカーボンブラックのBET比表面積は50～500m<sup>2</sup>/g、好ましくは60～250m<sup>2</sup>/gである。本発明で使用できるカーボンブラックは、例えば「カーボンブラック便覧」、カーボンブラック協会編を参考にすることができる。

【0027】本発明の非磁性層には上記材料の他に潤滑剤を含ませることが好ましい。使用される潤滑剤としては、高級脂肪酸、高級脂肪酸エステル、パラフィン、脂肪酸アミド等、公知の物が使用できる。

【0028】本発明の磁性層に用いる強磁性粉末は、従来公知の材料を使用でき、例えばγ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Co含有γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>、Co含有γ-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>、CrO<sub>2</sub>、バリウムフェライト、ストロンチウムフェライト等の酸化物微粉末や、Fe、Co、Ni等の金属あるいはこれらの合金などの金属微粉末があげられる。これらの磁性粉末は適用する媒体種等に応じて選択すればよい。また、形状が磁気テープの場合、前記非磁性層、磁性層の他にバックコート設けることも好ましい。バックコート層は、走行安定性の改善や磁性層の帯電防止等のために設けられている。

【0029】この他、磁性層、バックコート層には必要に応じて、カーボンブラック、研磨材、分散剤、高級脂肪酸、脂肪酸エステル、シリコンオイル等の潤滑剤、その他の各種添加物を添加してもよい。

【0030】本発明の磁性層、バックコート層に使用される結合剤としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性ないし反応型樹脂、電子線感応型変性樹脂等が用いられ、その組み合わせは媒体の特性、工程条件に合わせて適宜選択使用されるがバックコート層を本発明の樹脂とすると特性の向上を図ることが可能である。

【0031】本発明の塗膜の構成は非磁性支持体の上に非磁性層、その上に磁性層を積層する。この時非磁性層の厚みは0.5～3.0μmが好ましく特に好ましくは1.0～3.0μm＊

#### 実施例1

##### <非磁性層塗料1>

粒状α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>（堺化学工業(株)製：FRO-3）

55重量部

（平均粒径＝30nm，BET＝45m<sup>2</sup>/g）

カーボンブラック（三菱化学(株)製：#45B）

30重量部

（平均粒径＝24nm，BET＝125m<sup>2</sup>/g，DBP吸油量＝47ml/100g）

α-AI<sub>2</sub>O<sub>3</sub>（住友化学工業(株)製：AKP50）

15重量部

（平均粒径＝0.20μm，BET＝8m<sup>2</sup>/g）

EB硬化性塩化ビニル系共重合体

12重量部

（重合度＝300，極性基：-OSO<sub>3</sub>K＝1.5個／分子）

EB硬化性ポリウレタン樹脂

4重量部

（Mn＝25000，極性基：亜ホスフィン酸ナトリウム＝1個／1分子）

3官能アクリルモノマー（三洋化成工業(株)製：TA505）

2重量部

インセチルスチアレート

10重量部

ブチルスチアレート

4重量部

＊である。0.5μmより薄くなると、ベース表面性の影響を受け易く、磁気記録媒体の表面性を悪化させ、ひいては電磁変換特性に影響を及ぼし、さらに非磁性層が薄いため、潤滑剤量が不足し耐久性が悪化する。また3μm以上になると、特性に影響はないが、厚くしたことによるメリットもとくに得られない。

【0032】一方、磁性層の厚みは、磁気記録システムにより任意であるが、高密度記録を考えた場合、1.0μm以下であることが望ましい。

【0033】バックコート層の厚さ（カレンダー加工後）は、1.0μm以下、好ましくは0.1～1.0μm、より好ましくは0.2～0.8μmである。バックコート層が厚すぎると、媒体摺接経路との間の摩擦が大きくなりすぎて、走行安定性が低下する傾向にある。一方、薄すぎると、非磁性支持体の表面性の影響でバックコート層の表面性が低下する。このため、バックコートを熱硬化する際にバックコート層表面の粗さが磁性層表面に転写され、高域出力、S/N、C/Nの低下を招く。また、バックコート層が薄すぎると、媒体の走行時にバックコート層の削れが発生する。これら磁性層、非磁性層、必要に応じてバックコートは非磁性支持体上に設けられる。非磁性支持体として用いる材料には特に制限はなく、目的に応じて各種可撓性材料、各種剛性材料から選択し、各種規格に応じてテープ状などの所定形状および寸法とすればよい。

【0034】上記、非磁性層と磁性層の塗布方法であるが、非磁性層が湿润状態のうちに磁性層を塗布するウェットオンウェット塗布でも、非磁性層が塗布され、それが乾燥された後に磁性層を塗布するウェットオンドライ塗布でもかまわないが、記録密度向上の観点から非磁性層と磁性層の双方の表面性を高度にコントロールするためにも磁性層は、ウェットオンドライ、とくに硬化後に塗布することが好ましい。

【実施例・比較例】

11

MEK  
トルエン  
シクロヘキサノン

12

126重量部  
38重量部  
38重量部

上記組成物を混練処理した後、サンドグラインダーミにて分散※※を行い非磁性層塗料1を作成した。

## &lt;磁性塗料1&gt;

金属磁性粉

100重量部

( $H_c=16500\text{e}$ ,  $\sigma_s=126\text{emu}$ ,  $BET=58\text{m}^2/\text{g}$ ,  $PH=10$ , 平均長軸長 $=0.32\mu\text{m}$   
Fe/Co/Ni $=100/5/5$  (重量比)、添加元素としてAlとSiを含む)

塩化ビニル系共重合体 (日本ビニオン(株)製: MR110)

14重量部

(重合度 $=300$ , 極性基:  $-\text{OSO}_3\text{K}=1.5$ 個/分子)- $\text{SO}_3\text{Na}$ 含有ポリウレタン樹脂

6重量部

(Mn $=25000$ , 極性基濃度 $=1$ 個/1分子) $\alpha$ -A1203 (住友化学工業(株)製: AKP30)

10重量部

(平均粒径 $=0.33\mu\text{m}$ ,  $BET=8\text{m}^2/\text{g}$ )

Cr2O3 (日本化学工業(株)製: S-1)

5重量部

(平均粒径 $=0.40\mu\text{m}$ ,  $BET=3\text{m}^2/\text{g}$ )

カーボンブラック (コロンビア(株)製: セバカーブMT)

3重量部

(平均粒径 $=350\text{nm}$ ,  $BET=7\text{m}^2/\text{g}$ , DBP吸油量 $=41\text{ml}/100\text{g}$ )

ソルビタンモノステアレート

3重量部

イソセチルスステアレート

3重量部

ブチルスステアレート

2重量部

MEK

250重量部

トルエン

80重量部

シクロヘキサノン

80重量部

上記組成物を混練処理した後、サンドグラインダーミにて分散  
を行い磁性塗料1を作成した。

【0035】まず非磁性層塗料1を表面粗さ(Ra) $=8\text{nm}$ 、 $6$   
 $2\mu\text{m}$ 厚のPETフィルムに押し出しダイノズル方式で  
乾燥厚み $1.5\mu\text{m}$ となるように塗布し、乾燥温度 $100^\circ\text{C}$   
で乾燥後、EB照射(5Mrad)を行った。次に同じような  
手順でもう一方の面も形成し両面非磁性層のロールを作  
成した。

【0036】次に、磁性塗料1にコロネートL(日本ポリウ  
レタン工業(株)製)を4重量部添加し、この塗料を超音※

## 実施例2

## &lt;非磁性層塗料2&gt;

カーボンブラック (コロンビア(株)製: Raven760B)

100重量部

(平均粒径 $=30\text{nm}$ ,  $BET=70\text{m}^2/\text{g}$ , DBP吸油量 $=48\text{ml}/100\text{g}$ )

EB硬化性塩化ビニル系共重合体

12重量部

(重合度 $=300$ , 極性基:  $-\text{OSO}_3\text{K}=1.5$ 個/分子)

EB硬化性ポリウレタン樹脂

6重量部

(Mn $=25000$ , 極性基: 亜ホスフィン酸ナトリウム $=1$ 個/1分子)

3官能アクリルモノマー (三洋化成工業(株)製: TA505)

2重量部

イソセチルスステアレート

10重量部

ブチルスステアレート

4重量部

MEK

150重量部

トルエン

50重量部

シクロヘキサノン

50重量部

上記組成物を混練処理した後、サンドグラインダーミにて分散  
を行い非磁性層塗料2を作成した。

※波分散機で再分散しながらこの非磁性層塗布済みのロー  
ールに押し出しダイノズル方式で乾燥膜厚 $0.3\mu\text{m}$ の厚  
みとなるように塗布し、無配向磁石にて無配向化を行  
い、乾燥温度 $100^\circ\text{C}$ で乾燥後、線圧 $300\text{kg}/\text{cm}$ 、温度  
 $90^\circ\text{C}$ にてカレンダー処理を行い片面の塗膜を仕上げ  
た。次に同じような手順でもう一方の面も形成し両面磁  
性層の原反ロールを作成した。最後にこの原反ロールを  
ディスク状に打ち抜いてその後 $70^\circ\text{C}24\text{hr}$ の条件で熱硬化  
を行いディスクを作成した。

【0037】まず非磁性層塗料2を表面粗さ(Ra) $=8\text{nm}$ 、 $6$   
 $2\mu\text{m}$ 厚のPETフィルムに押し出しダイノズル方式で



乾燥厚み $1.5\mu\text{m}$ となるように塗布し、乾燥温度 $100^\circ\text{C}$ で乾燥後、EB照射( $5\text{Mrad}$ )を行った。次に同じような手順でもう一方の面も形成し両面非磁性層のロールを作成した。

【0038】次に、磁性塗料1にコロネートL(日本ポリウレタン工業(株)製)を4重量部添加し、この塗料を超音波分散機で再分散しながらこの非磁性層塗布済みのロールに押し出しダイノズル方式で乾燥膜厚 $0.3\mu\text{m}$ の厚みになるように塗布し、無配向磁石にて無配向化を行い、乾燥温度 $100^\circ\text{C}$ で乾燥後、線圧 $300\text{kg/cm}$ 、温度 $90^\circ\text{C}$ にてカレンダー処理を行い片面の塗膜を仕上げた。次に同じような手順でもう一方の面も形成し両面磁性層の原反ロールを作成した。最後にこの原反ロールをディスク状に打ち抜いてその後 $70^\circ\text{C}24\text{hr}$ の条件で熱硬化を行いディスクを作成した。

#### 実施例3

実施例1で非磁性層のポリウレタンの極性基をホスフィン酸ナトリウムに変更して実施例1と同様にディスクを作製した。

#### 実施例4

#### 比較例4

##### <非磁性層塗料3>

粒状 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (堺化学工業(株)製: FRO-3)

55重量部

(平均粒径 $=30\text{nm}$ ,  $\text{BET}=45\text{ m}^2/\text{g}$ )

カーボンブラック (三菱化学(株)製: #45B)

30重量部

(平均粒径 $=24\text{nm}$ ,  $\text{BET}=125\text{ m}^2/\text{g}$ , DBP吸油量 $=47\text{ml}/100\text{g}$ )

$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (住友化学工業(株)製: AKP50)

15重量部

(平均粒径 $=0.20\mu\text{m}$ ,  $\text{BET}=8\text{ m}^2/\text{g}$ )

塩化ビニル系共重合体 (日本ビニル(株)製: MR110)

12重量部

(重合度 $=300$ , 極性基:  $-\text{OSO}_3\text{K}=1.5\text{個}/\text{分子}$ )

亜ホスフィン酸ナトリウム含有ポリウレタン樹脂

5重量部

( $\text{Mn}=25000$ , 極性基濃度 $=1\text{個}/1\text{分子}$ )

イソセチルスチアレート

10重量部

ブチルスチアレート

4重量部

MEK

126重量部

トルエン

38重量部

シクロヘキサン

38重量部

上記組成物を混練処理した後、サンドグラインダーミルにて分散を行い非磁性層塗料3を作成した。非磁性層塗料3を表面粗さ( $R_a$ ) $=8\text{nm}$ ,  $62\mu\text{m}$ 厚のPETフィルムに押し出しダイノズル方式で乾燥厚み $1.5\mu\text{m}$ となるように塗布し、それがまだ湿潤状態のうちに磁性塗料1にコロネートL(日本ポリウレタン工業(株)製)を4重量部添加した塗料を、超音波分散機で再分散しながらこの上に押し出しダイノズル方式で乾燥膜厚が $0.3\mu\text{m}$ になるように塗布した。その後無配向磁石にて無配向化を行い、乾燥温度 $100^\circ\text{C}$ で乾燥後、線圧 $300\text{kg/cm}$ 、温度 $90^\circ\text{C}$ にてカレンダー処理を行い片面の塗膜を仕上げた。次に同じ

\*実施例1で非磁性層のポリウレタンの極性基をホスホン酸ナトリウムに変更して実施例1と同様にディスクを作製した。

#### 実施例5

実施例1で非磁性層の厚みを $3\mu\text{m}$ に変更して実施例1と同様にディスクを作製した。

#### 実施例6

実施例1で非磁性層の厚みを $0.5\mu\text{m}$ に変更して実施例1と同様にディスクを作製した。

#### 比較例1

実施例1で非磁性層のポリウレタンの極性基をスルホン酸ナトリウムに変更して実施例1と同様にディスクを作製した。

#### 比較例2

実施例1で非磁性層のポリウレタンの極性基をカルボン酸に変更して実施例1と同様にディスクを作製した。

#### 比較例3

実施例1で非磁性層のポリウレタンとして極性基の無いポリウレタンを用い、実施例1と同様にディスクを作製した。

\*20

ような手順でもう一方の面も形成し両面磁性層の原反ロールを作成した。最後にこの原反ロールをディスク状に打ち抜いてその後 $70^\circ\text{C}24\text{hr}$ の条件で熱硬化を行いディスクを作成した。実施例、比較例で作成したディスクについて、以下の項目を測定した。

①非磁性層の分散光沢

②磁性層の表面粗さ( $R_a$ )

③電磁変換特性

④耐久性

【0039】

【表1】

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
非磁性層ハインダ-		E B硬化型	E B硬化型	E B硬化型	E B硬化型	E B硬化型
非磁性層ハインダ-極性基		亜スフィン酸トリカ	亜スフィン酸トリカ	スフィン酸トリカ	スフィン酸トリカ	亜スフィン酸トリカ
非磁性層厚み	( $\mu\text{m}$ )	1.5	1.5	1.5	1.5	3.0
非磁性層分散光沢	(%)	140	155	130	125	138
磁性層表面粗さ	Ra (nm)	3.5	3.2	4.6	5.0	4.0
電磁変換特性	低域 (1MHz)	100	100	99	98	99
	高域 (4.5MHz)	100	102	95	93	97
耐久性(hr)		1800	1800	1400	1400	2000

【表2】

\*【表3】

		実施例6
非磁性層ハインダ-		E B硬化型
非磁性層ハインダ-極性基		亜スフィン酸トリカ
非磁性層厚み	( $\mu\text{m}$ )	0.5
非磁性層分散光沢	(%)	141
磁性層表面粗さ	Ra (nm)	4.4
電磁変換特性	低域 (1MHz)	100
	高域 (4.5MHz)	96
耐久性(hr)		1200

20

\*

		比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
非磁性層ハインダ-		E B硬化型	E B硬化型	E B硬化型	無硬化型
非磁性層ハインダ-極性基		スフィン酸トリカ	カルボン酸	無し	亜スフィン酸トリカ
非磁性層厚み	( $\mu\text{m}$ )	1.5	1.5	1.5	1.5
非磁性層分散光沢	(%)	120	100	80	138
磁性層表面粗さ	Ra (nm)	5.5	6.0	6.5	4.0
電磁変換特性	低域 (1MHz)	97	93	90	100
	高域 (4.5MHz)	96	85	82	100
耐久性(hr)		800	500	300	800

## &lt;測定方法&gt;・電磁変換特性

QJ21K電磁変換特性測定器を使用し、2940rpmのディスク回転速度にて測定。

【0040】測定値は実施例1の出力を100%とした。

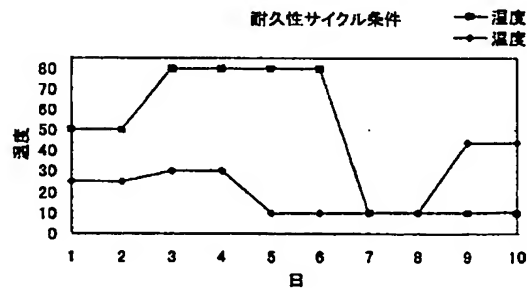
## ・耐久性

※ 3000rpmの回転速度のZIPT'ライプにディスクを挿入し、表7のサイクル環境にてヘッドをラングミークさせ、目視にてキズの有無を確認。キズが入ったところで終了。

【表7】

\*

耐久性サイクル条件



【0041】

## &lt;表面粗さの測定法&gt;

測定器：テーラーホブソン社製タリスステップシステム

測定条件：フィルター条件 0.18~9 Hz

触針 0.1×2.5μm特殊スタイラス

触針圧 2mg

測定スピード 0.03mm/sec

測定長 500μm

<光沢測定法>

測定器：MURAKAMI COLOR RESEARCH LABORATORY社製

GLOSS METER GM-3D

(入射角-反射角：60°-60°)

8) 実施例7

<磁性塗料2>

メタル磁性粉 100重量部

(Hc=2400 Oe,  $\sigma_s=143\text{emu}$ , BET=50m<sup>2</sup>/g, 平均長軸長=0.10μm)

塩化ビニル系共重合体 (日本ビニル(株)製：MR110) 10重量部

(重合度=300, 極性基：-OSO<sub>3</sub>K=1.5個/分子)

-SO<sub>3</sub>Na含有ポリウレタン樹脂 7重量部

(Mn=25000, 極性基濃度=1個/1分子)

α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (住友化学工業(株)製：HIT82) 12重量部

(平均粒径=0.12μm, BET=20m<sup>2</sup>/g)

ミリスチン酸 2重量部

MEK 250重量部

トルエン 80重量部

シクロヘキサノン 80重量部

上記組成物を混練処理した後、サンドグラインダーにて分散※※を行い磁性塗料2を作成した。

<非磁性層塗料4>

α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (戸田工業(株)製：DPN-250BW) 75重量部

(平均長軸径=150nm, BET=55 m<sup>2</sup>/g)

カーボンブラック (三菱化学(株)製：#950B) 20重量部

(平均粒径=16nm, BET=250m<sup>2</sup>/g, DBP吸油量=80ml/100g)

α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (住友化学工業(株)製：HIT60A) 5重量部

(平均粒径=0.18μm, BET=12m<sup>2</sup>/g)

EB硬化性塩化ビニル系共重合体 12重量部

(重合度=300, 極性基：-OSO<sub>3</sub>K=1.5個/分子)

EB硬化性ポリウレタン樹脂 6重量部

(Mn=25000, 極性基：亜ホスフィン酸ナトリウム=1個/1分子)

ブチルステアレート 1重量部

ステアリン酸 1重量部

MEK 150重量部

トルエン 50重量部

シクロヘキサノン 50重量部

上記組成物を混練処理した後、サンドグラインダーにて分散※※を行い非磁性層塗料4を作成した。

<バックコート層用塗料>

カーボンブラック 80重量部

(コンビアンカーボン社製：Conductex SC 平均粒径=20nm, BET=220m<sup>2</sup>/g)

カーボンブラック 1重量部

(コンビアンカーボン社製：SevacarbMT 平均粒径=350nm, BET=8m<sup>2</sup>/g)

α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (戸田工業社製：TF100 平均粒径=0.1μm) 1重量部

塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコール共重合体 65重量部

(モノマー重量比=92:3:5, 平均重合度=420)

19

ポリエステルポリウレタン樹脂（東洋紡績社製：UR-8300）  
MEK  
トルエン  
シクロヘキサノン

20

35重量部  
260重量部  
260重量部  
260重量部

上記組成物を混練処理した後、サンドグラインダーミにて分散を行った。次に下記添加剤・溶剤を加え粘度調整を行った。 【0042】

ステアリン酸	1重量部
ミリスチン酸	1重量部
ステアリン酸ブチル	2重量部
MEK	210重量部
トルエン	210重量部
シクロヘキサノン	210重量部

次に6.5 $\mu$ m厚のPETフィルムに最初に非磁性層塗料4を押し出しダイノズル方式にて2.0 $\mu$ mの乾燥膜厚となるように塗布し、乾燥温度100℃で乾燥後EB照射（5Mrad）を行い、非磁性層原反を作製した。次に磁性塗料2にコロネートL（日本ポリウレタン工業（株）製）を4重量部添加し、バックコート塗料100重量部に1重量部を加え、非磁性層原反の上に磁性塗料を押し出しダイノズル方式にて0.2 $\mu$ mの乾燥膜厚となるように ※20

※塗布し、配向を行い、乾燥温度100℃で塗膜を乾燥させ、温度100℃線圧300kg/cmにてカレンダー処理を行った。次に磁性層と反対のベース面にバックコート塗料を押し出しダイノズル方式にて乾燥膜厚が0.5 $\mu$ mとなるように塗布し、原反ロールを作成した。このロールを24時間常温にて放置後、60℃の加熱オーブン中にて24時間硬化した後、6.35mm幅に切断してテープサンプルとした。

## 実施例8

## &lt;非磁性層塗料5&gt;

カーボンブラック（コロンビア・アンカーン社製：Raven760B） （平均粒径=30nm, BET=70m <sup>2</sup> /g, DBF吸油量=48ml/100g）	100重量部
EB硬化性塩化ビニル系共重合体 （重合度=300, 極性基：-OSO <sub>3</sub> K=1.5個/分子）	12重量部
EB硬化性ポリウレタン樹脂 （Mn=25000, 極性基：亜ホスフィン酸ナトリウム=1個/1分子）	6重量部
官能アクリルモノマー（三洋化成工業（株）製：TA505）	2重量部
ステアリン酸	1重量部
ブチルステアレート	1重量部
MEK	150重量部
トルエン	50重量部
シクロヘキサノン	50重量部

次に6.5 $\mu$ m厚のPETフィルムに最初に非磁性層塗料5を押し出しダイノズル方式にて2.0 $\mu$ mの乾燥膜厚となるように塗布し、乾燥温度100℃で乾燥後EB照射（5Mrad）を行い、非磁性層原反を作製した。次に磁性塗料2にコロネートL（日本ポリウレタン工業（株）製）を4重量部添加し、バックコート塗料100重量部に1重量部を加え、非磁性層原反の上に磁性塗料を押し出しダイノズル方式にて0.2 $\mu$ mの乾燥膜厚となるように塗布し、配向を行い、乾燥温度100℃で塗膜を乾燥させ、温度100℃線圧300kg/cmにてカレンダー処理を行った。次に磁性層と反対のベース面にバックコート塗料を押し出しダイノズル方式にて乾燥膜厚が0.5 $\mu$ mとなるように塗布し、原反ロールを作成した。  
【0043】このロールを24時間常温にて放置後、60℃の加熱オーブン中にて24時間硬化した後、6.35mm幅に切断してテープサンプルとした。

## 実施例9

実施例7で非磁性層のポリウレタンの極性基をホスフィン酸ナトリウムに変更して実施例7と同様にテープサンプルを作製した。

## 実施例10

40 実施例7で非磁性層のポリウレタンの極性基をホスホン酸ナトリウムに変更して実施例7と同様にテープサンプルを作製した。

## 実施例11

実施例7で非磁性層の厚みを3 $\mu$ mに変更して実施例7と同様にテープサンプルを作製した。

## 実施例12

実施例7で非磁性層の厚みを0.5 $\mu$ mに変更して実施例7と同様にテープサンプルを作製した。

## 比較例5

50 実施例7で非磁性層のポリウレタンの極性基をスルホン

酸ナトリウムに変更して実施例7と同様にテープサンプルを作製した。  
比較例6  
実施例7で非磁性層のポリウレタンの極性基をカルボン酸に変更して実施例7と同様にテープサンプルを作製し\*

＊た。  
比較例7  
実施例7で非磁性層のポリウレタンとして極性基の無いポリウレタンを用い、実施例7と同様にテープサンプルを作製した。

## 比較例8

## &lt;非磁性層塗料6&gt;

$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (戸田工業(株)製: DPN-250BW)	75重量部
(平均長軸径=150nm, BET=55 m <sup>2</sup> /g)	
カーボンブラック (三菱化学(株)製: #950B)	20重量部
(平均粒径=16nm, BET=250m <sup>2</sup> /g, DBP吸油量=80ml/100g)	
$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (住友化学工業(株)製: HIT60A)	5重量部
(平均粒径=0.18 $\mu$ m, BET=12m <sup>2</sup> /g)	
塩化ビニル系共重合体 (日本ビニロン(株)製: MR110)	10重量部
(重合度=300, 極性基: -OSO <sub>3</sub> K=1.5個/分子)	
-SO <sub>3</sub> Na含有ポリウレタン樹脂	6重量部
(Mn=25000, 極性基濃度=1個/1分子)	
エチレングリコールジオレート	3重量部
ブチルスチアレート	1重量部
ステアリン酸	1重量部
MEK	150重量部
トルエン	50重量部
シクロヘキサノン	50重量部

上記組成物を混練処理した後、サンドグライNDERミルにて分散を行い非磁性層塗料6を作成した。次に非磁性層塗料6にコロネートL(日本ポリウレタン工業(株)製)を4重量部、磁性塗料1に4重量部添加しバックコート塗料100重量部に1重量部を加え、6.5 $\mu$ m厚のPETフィルムに最初に非磁性層塗料6を押し出しダイノズル方式にて1.5 $\mu$ mの乾燥膜厚になるように塗布し、続いて非磁性層塗料が湿潤状態の内に磁性塗料を押し出しダイノズル方式にて0.2 $\mu$ mの乾燥膜厚となるように塗布し配向を行い、乾燥温度100℃で塗膜を乾燥させ、温度100℃線圧300kg/cmにてカレンダー処理を行った。次に磁性層と反対のベース面にバックコート塗料を※

※押し出しダイノズル方式にて乾燥膜厚が0.5 $\mu$ mとなるように塗布し、原反ロールを作成した。このロールを24時間常温にて放置後、60℃の加熱オーブン中にて24時間硬化した後、6.35mm幅に切断してテープサンプルとした。実施例、比較例で作成したテープサンプルについて、以下の項目を測定した。

- ①非磁性層の分散光沢  
②磁性層の表面粗さ(Ra)  
③電磁変換特性  
④スチル  
【0044】  
【表4】

		実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11
非磁性層ハインダ		EB硬化型	EB硬化型	EB硬化型	EB硬化型	EB硬化型
非磁性層ハインダ-極性基		亜鉛フィニッシュ	亜鉛フィニッシュ	亜鉛フィニッシュ	亜鉛フィニッシュ	亜鉛フィニッシュ
非磁性層厚み	( $\mu$ m)	2.0	2.0	2.0	2.0	3.0
非磁性層分散光沢	(%)	130	145	120	115	130
磁性層表面粗さ	Ra (nm)	3.8	3.6	4.6	4.8	4.0
電磁変換特性	出力 (dB)	0	+0.2	-0.2	-0.3	+0.1
	C/N (dB)	0	+0.2	-0.1	-0.2	0
スチル	(Hz)	90	85	70	70	90

【表5】

非磁性層 $\text{H}^+\text{インダ}$		実施例12
非磁性層 $\text{H}^+\text{インダ}$ -極性基		EB硬化型
非磁性層厚み ( $\mu\text{m}$ )		0.5
非磁性層分散光沢		130
磁性層表面粗さ	Ra (nm)	5.0
電磁変換特性	出力 (dB)	-0.6
	C/N (dB)	-0.5
スチル	(Hr)	80

\*【表6】

\*

		比較例5	比較例6	比較例7	比較例8
非磁性層 $\text{H}^+\text{インダ}$		EB硬化型	EB硬化型	EB硬化型	熱硬化型
非磁性層 $\text{H}^+\text{インダ}$ -極性基		カルボン酸トリウム	カルボン酸	無し	亜スズイン酸トリウム
非磁性層厚み ( $\mu\text{m}$ )		2.0	2.0	2.0	2.0
非磁性層分散光沢		115	90	80	127
磁性層表面粗さ	Ra (nm)	5.4	6.1	6.7	3.8
電磁変換特性	出力 (dB)	-1.2	-1.7	-2.2	0
	C/N (dB)	-1.0	-1.8	-2.0	0
スチル	(Hr)	30	30	20	50

## &lt;測定方法&gt;

・表面粗さ

ディスクでの実施例・比較例の測定法と同じ様に測定した。

・電磁変換特性

測定デッキ：Panasonic製 AJ-D750

実施例8の値を0とし、dBで表現した。出力、C/Nとも-1dB以内をOKとした。

・スチル

改造した実機を0℃の環境に入れ、予め信号を記録し、

その再生時にスチルさせ、信号強度がスチル初期の80%以下となる時間を計った。10時間以上であればOKとした。

【0045】

【発明の効果】本発明によれば非磁性層に少なくともリン含有極性基を有するバインダーを用いることにより、カーボンブラックを含む非磁性層の分散性にすぐれ、表面性にすぐれ、電磁変換特性が良好で、耐久性に優れた磁気記録媒体が得られる。